



1720

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the Application of:

Masayasu SENDA et al.

Art Unit: Not yet assigned

Application No.: 10/829,291

Examiner: Not yet assigned

Filed: April 22, 2004

Attorney Dkt. No.: 12065-0013

For: BOND MAGNET AND FERRITE MAGNETIC POWDER FOR BOND MAGNET

CLAIM OF PRIORITY

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Applicants for the above-identified application, by their attorney, hereby claim priority under the International Convention of **Japanese Patent Application No. 2003-119518**, filed **April 24, 2003**, and acknowledged in the Declaration of the subject application. A certified copy of the Application is attached.

Respectfully submitted,
CLARK & BRODY

Christopher W. Brody
Registration No. 33,613

Customer No. 22902
1750 K Street NW, Suite 600
Washington DC 20006
Telephone: 202-835-1111
Facsimile: 202-835-1755

Date: June 14, 2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

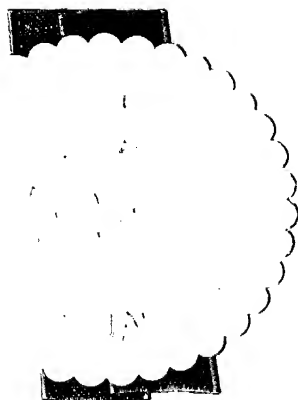
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 4 月 2 4 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 1 1 9 5 1 8
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 1 1 9 5 1 8]

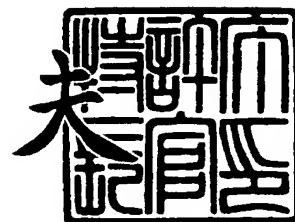
出 願 人
Applicant(s): 同和鉱業株式会社
 日本弁柄工業株式会社



2 0 0 4 年 4 月 2 6 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 3 6 0 8 6

【書類名】 特許願

【整理番号】 D1000458

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01F 1/113

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 1 丁目 8 番 2 号 同和鉱業株式会社
社内

【氏名】 千田 正康

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 1 丁目 8 番 2 号 同和鉱業株式会社
社内

【氏名】 末永 真一

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 1 丁目 8 番 2 号 同和鉱業株式会社
社内

【氏名】 綾部 敬祐

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 1 丁目 8 番 2 号 同和鉱業株式会社
社内

【氏名】 酒井 敏行

【特許出願人】

【識別番号】 000224798

【氏名又は名称】 同和鉱業株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 595156333

【氏名又は名称】 日本弁柄工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100076130

【弁理士】

【氏名又は名称】 和田 憲治

【選任した代理人】

【識別番号】 100101557

【弁理士】

【氏名又は名称】 萩原 康司

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 004547

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ボンド磁石およびボンド磁石用フェライト磁性粉

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アルカリ土類金属を構成成分とするフェライト磁性粉であって、下記の成形試験に供したときの保磁力の低下が 600 Oe 以下であるボンド磁石用フェライト磁性粉。

成形試験：

- (1) 供試磁性粉 90 重量部、シランカップリング剤 0.4 重量部、滑剤 0.12 重量部およびナイロン-6 の粉体 9.48 重量部をミキサーに添加して掻き混ぜる。
- (2) 得られた混合物を 230℃で混練して平均径がほぼ 2 mm のペレットにする。
- (3) 得られたペレットを温度 290℃、成形圧力 85 kgf/cm² で 10 Kg G の磁場配向中で射出成形し、直径 15 mm、高さ 8 mm の円柱状の成形品（磁場の配向方向は円柱の中心軸に沿う方向）を得る。
- (4) 得られた成形品の保磁力を BH トレーサーで測定し、供試磁性粉の保磁力との差を求める。

【請求項 2】 成形品の保磁力が 3200 Oe 以上である請求項 1 に記載のボンド磁石用フェライト磁性粉

【請求項 3】 成形品は残留磁束密度が 2980 G 以上のものである請求項 1 または 2 に記載のボンド磁石用フェライト磁性粉。

【請求項 4】 粉体の保磁力が 3600 Oe 以上である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載のボンド磁石用フェライト磁性粉。

【請求項 5】 供試磁性粉は、平均粒子径が 0.50 超え～1.0 μ m のフェライトの微粉と、平均粒子径が 2.50 超え～5.0 μ m のフェライトの粗粉を、該微粉の割合を 15～40 重量%として混合してなる混合粉である請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載のボンド磁石用フェライト磁性粉。

【請求項 6】 請求項 1 ないし 5 に記載のフェライト磁性粉を用いたボンド磁石。

【発明の詳細な説明】**【0 0 0 1】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、アルカリ土類金属を構成成分とするフェライト磁性粉に係り、より詳しくは、ボンド磁石に成形したさいの保磁力の低下量が少ないボンド磁石用フェライト磁性粉に関する。

【0 0 0 2】**【従来の技術】**

フェライト磁性粉をバインダーで形成してなるボンド磁石において、高い磁力を得るにはフェライト磁性粉の充填率を高めることが必要である。特許文献 1 には、フェライト磁性粉をバインダー対して充填率 9 3 重量%以上で成形して (B H) m a x 2 . 5 M G O e 以上を得る技術が開示されている。

【0 0 0 3】

他方、A V、O A 機器、自動車電装部品等に使用される小型モーターや、複写機のマグネットロール等に使用される高磁力のボンド磁石においては、低温減磁の問題のため高い保磁力を維持することが要望されている。

【0 0 0 4】

【特許文献 1】 特開平 9 - 1 0 6 9 0 4 号公報

【0 0 0 5】**【発明が解決しようとする問題点】**

特許文献 1 が教えるように、微粉と粗粉を適正に混合するとバインダーへの充填率を高めることができ、これによって高い磁力を得ることができるが、あまり充填率を高めると保磁力が低下することがある。特許文献 1 には、充填率を高めても高い流動性を維持し且つ高い (B H) m a x も有する成形品が得られるとされているが、充填率を高めた場合の保磁力 (i H c) の低下に対してこれを防止するための有益な教示はない。したがって、本発明はこの問題の解決を目的としたものである。

【0 0 0 6】**【課題を解決するための手段】**

本発明によれば、アルカリ土類金属を構成成分とするフェライト磁性粉であって、下記の成形試験に供したときの保磁力の低下が 6 0 0 Oe 以下であるボンド磁石用フェライト磁性粉を提供する。

成形試験：

- (1) 供試磁性粉 9 0 重量部，シランカップリング剤 0.4 重量部，滑剤 0.1 2 重量部およびナイロンー 6 の粉体 9.4 8 重量部をミキサーに添加して掻き混ぜる。
- (2) 得られた混合物を 2 3 0 ℃で混練して平均径がほぼ 2 mm のペレットにする。
- (3) 得られたペレットを温度 2 9 0 ℃，成形圧力 8 5 kgf/cm² で 1 0 K g G の磁場配向中で射出成形し，直径 1 5 mm，高さ 8 mm の円柱状の成形品（磁場の配向方向は円柱の中心軸に沿う方向）を得る。
- (4) 得られた成形品の保磁力を B H トレーサーで測定し，供試磁性粉の保磁力との差を求める。

【 0 0 0 7 】

前記の試験において，ミキサーとしては協立理工株式会社製の商品名サンプルミル SK-M10，シランカップリング剤としては日本ユニカ株式会社製の商品名 A-11 22，滑剤としてはステアリン酸カルシウム，ナイロンー 6 としては宇部興産株式会社製の商品名 P-1010，そして，混練機としては株式会社東洋精機製作所のラボプラストミル（2 軸のバッチ式混練機）を使用できる。

【 0 0 0 8 】

この成形試験に供したときに保磁力の低下量が 6 0 0 Oe 以下を示すフェライト磁性粉は，粉体状態での保磁力が好ましくは 3 6 0 0 Oe 以上であり，該試験で得られた成形品の保磁力が好ましくは 3 2 0 0 Oe 以上で残留磁束密度が 2 9 8 0 G 以上である。成形試験に供するフェライト磁性粉は，予め，平均粒子径が 0.5 0 超え～1.0 μ m の微粉と，平均粒子径が 2.5 0 超え～5.0 μ m の粗粉を作っておき，これらを該微粉の割合を 1 5 ～4 0 重量%として混合することによって得ることができる。

【 0 0 0 9 】

【発明の実施の形態】

前述のように、フェライト磁性粉をバインダーに対して高い充填率で配合して混練すると、混練成形のさいに大きなせん断負荷を受けるのでフェライト結晶に歪みを与えることになり、この結果、成形前のフェライト粉に比べて成形後のボンド磁石では保磁力が低下する。

【0010】

本発明者らは、この保磁力の低下を軽減すべく種々の試験研究を重ねてきたが、特許文献1が教える範囲とは異なる領域の微粉と粗粉を用いると、ボンド磁石に形成したときの保磁力の低下が軽微となることを知見した。

【0011】

フェライト磁性粉は、その成分組成や粒子形態には種々のものがあるが、その製法は、乾式法の場合には、一般に、原料配合→造粒→焼成→粉碎→水洗・脱水→乾燥→解砕→アニール→製品の諸工程からなる。最終工程の「アニール」は焼成後の粉碎時（さらには乾燥後の解砕時）に発生した結晶歪みを除去するためのものである。粉碎時や解砕時に発生した結晶歪みは磁気特性とくに保磁力を低下させるからである。

【0012】

このアニール工程を経ると、アルカリ土類金属を構成成分とするフェライト磁性粉では、その粉体 pH が 10～12 程度となり、バインダーとの相溶性を悪くしたり、コンパウンドの粘性や流動性に大きな悪影響を及ぼす。このため、アニールされたフェライト磁性粉の粉体 pH を下げることが好ましい。粉体 pH を下げる処法としては、磁性粉を水中に懸濁させ、よく攪拌し、場合によってはこれに鉍酸を添加する方法や、磁性粉と炭酸ガスとを水分の共存下で攪拌する方法などが挙げられる。

【0013】

フェライト磁性粉を用いたボンド磁石の製造のさいに、特許文献1のように、微粉と粗粉を適正に混合するとバインダーへの充填率を高めることができ、これによって高い磁力を得ることができるが、反面、ボンド磁石の成形のさいにフェライト磁性粉が保持していた保磁力が低下することも不可避である。本発明者ら

は、この点について種々の試験を繰り返したが、特許文献 1 が教える好ましい微粉と粗粉のレベルとは異なる領域のものを混合した場合には、成形時の保磁力の低下が軽微となることがわかった。

【0 0 1 4】

ボンド磁石に成形した場合の保磁力の低下を評価するには、前記の(1)～(4)の条件の成形試験を行なうのがよく、本発明に従う前記の微粉と粗粉からなる混合粉では、成形前の供試磁性粉の保磁力からこの成形試験を経た成形品の保磁力を差し引いた値が 6 0 0 Oe 以下となる。

【0 0 1 5】

アニール処理については、微粉と粗粉を混合する前でもよいが、後の方が便利である。このアニール処理によって、微粉・粗粉製造時の粉碎の際に結晶粒子中に発生した歪みを除去することができる。アニール温度は 8 0 0 ～ 1 1 0 0 ℃が好ましい。8 0 0 ℃未満ではアニールの効果が十分に達成されず、保磁力と飽和磁化が低くなる。また 1 1 0 0 ℃を越えると焼結が進んで、圧縮密度と配向性が低下する。

【0 0 1 6】

【実施例】

〔実施例 1〕

① 微粉の製造

酸化鉄と炭酸ストロンチウムをモル比で 5.5 になるように秤量して混合し、これを水で造粒し、乾燥後、電気炉中 9 5 0 ℃で 2 時間焼成した。この焼成品をハンマーミル（商品名サンプルミル）で粉碎し、さらに湿式粉碎机（商品名ウェットミル）で湿式粉碎して、平均粒子径が 0.59 μm の微粉を得た。

② 粗粉の製造

酸化鉄と炭酸ストロンチウムをモル比で 5.75 になるように秤量し添加物と混合し、これを水で造粒し、乾燥後、電気炉中 1 2 9 0 ℃で 4 時間焼成した。この焼成品をサンプルミルで粉碎し、平均粒子径が 3.3 μm の粗粉を得た。

③ 混合粉の製造

前記微粉 3 0 重量％と粗粉 7 0 重量％を湿式で混合し、これを濾過、水洗、乾

燥し、解砕した後、電気炉中 9 9 0 °C で 1 時間焼成（アニール）した。得られた焼成品を炭酸ガスと水分により粉体 pH を調整し、乾燥品を最終粉末として、次のストロンチウムフェライト粉末を得た。比表面積は B E T 法によるものであり、圧縮密度は 1 トン/cm² の圧力で圧縮したときの値である。

【 0 0 1 7 】

平均粒子径：1.17 μ m

比表面積：2.23 m²/g

圧縮密度：3.50 g/cm³

粉体 pH：9.4

粉体 iHc：3707 (Oe)

【 0 0 1 8 】**④ ボンド磁石の製造**

前記③で得られたストロンチウムフェライト粉末 90 重量部を、ミキサー（協立理工株式会社製の商品名サンプルミルSK-M10）で攪拌しながら、シラン系カップリング剤（日本ユニカ株式会社製の商品名A-1122）0.4 重量部で表面処理し、9.48 重量部の粉末状のナイロンー6（宇部興産株式会社製の商品名 P-1010）と混合し、さらに滑剤（ステアリン酸カルシウム）0.12 重量部を添加した。

【 0 0 1 9 】

次いで、混練機（株式会社東洋精機製作所のラボプラスミル：2 軸のバッチ式混練機）を用いて 230 °C で平均粒径 2 mm の混練ペレットにした後、温度 290 °C で成形圧力 85 kgf/cm² で 10 K g G の磁場配向中で射出成形し、直径 15 mm × 高さ 8 mm の円柱状異方性ボンド磁石を得た。

【 0 0 2 0 】

この磁石の磁気特性を B H トレーサーで測定したところ、最大エネルギー積 B Hmax = 2.20 M G Oe , iHc = 3308 Oe であった。したがって、成形前の保磁力 iHc から成形品の保磁力 iHc への低下は 399 Oe であった。表 1 および表 2 に、本例のフェライト粉の特性およびボンド磁石の磁気特性を総括して示した。

【 0 0 2 1 】

〔比較例 1〕

微粉を加えることなく粗粉 100 重量%とした以外は、実施例 1 と同じ条件でストロンチウムフェライト粉末を製造した。すなわち、実施例 1 の②で得た粗粉だけを湿式粉碎し、濾過、水洗、乾燥し、解砕した後、電気炉中 990℃で 1 時間焼成（アニール）した。得られた焼成品を炭酸ガスと水分により粉体 pH を調整し、乾燥品を最終粉末として、平均粒子径が $1.49\ \mu\text{m}$ のストロンチウムフェライト粉を得た。

【0022】

得られた粉体を用いて実施例 1 と同様にボンド磁石を作成し、実施例 1 と同様にしてフェライト粉とボンド磁石の特性を評価し、各特性を実施例 1 のものと対比して表 1 および表 2 に示した。表 2 に見られるように、成形前の粉体の保磁力 iH_c から成形品の保磁力 iH_c への低下は 1041 Oe であった。

【0023】

〔比較例 2〕

① 微粉の製造

酸化鉄と炭酸ストロンチウムをモル比で 5.75 になるように秤量し添加物と混合し、これを水で造粒し、乾燥後、電気炉中 1290℃で 4 時間焼成した。この焼成品をハンマーミル（商品名サンプルミル）で粉碎し、さらに湿式粉碎機（商品名ウェットミル）で湿式粉碎し、平均粒子径が $1.20\ \mu\text{m}$ の微粉を得た。

② 粗粉の製造

酸化鉄と炭酸ストロンチウムをモル比で 5.75 になるように秤量し添加物と混合し、これを水で造粒し、乾燥後、電気炉中 1290℃で 4 時間焼成した。この焼成品をサンプルミルで粉碎し、平均粒子径が $4.4\ \mu\text{m}$ の粗粉を得た。

③ 混合粉の製造

前記微粉 30 重量%と粗粉 70 重量%を湿式により混合し、これを濾過、水洗、乾燥し、解砕した後、電気炉中 990℃で 1 時間焼成（アニール）した。得られた焼成品を炭酸ガスと水分により粉体 pH を調整し、乾燥品を最終粉末として、平均粒径が $1.44\ \mu\text{m}$ のストロンチウムフェライト粉を得た。

【0024】

得られた粉体を用いて実施例 1 と同様にボンド磁石を作成し、実施例 1 と同様にしてフェライト粉とボンド磁石の特性を評価し、各特性を表 1 および表 2 に示した。表 2 に見られるように、成形前の粉体の保磁力 iH_c から成形品の保磁力 iH_c への低下は 811 Oe であった。

【0025】

【表 1】

	微粉条件		フェライト粉の特性			
	平均粒子径 (μm)	混合比率 (%)	平均粒径 (μm)	比表面積 (m^2/g)	圧縮密度 (g/cm^3)	粉体 iH_c (Oe)
実施例	0.59	30	1.17	2.23	3.50	3707
比較例 1	微粉無し		1.49	1.61	3.38	3641
比較例 2	1.20	30	1.44	1.73	3.44	3280

【0026】

【表 2】

	ボンド磁石の磁気特性 (ナイロン-6, フェライト90 重量%)				
	成形密度 (g/cm^3)	残留磁束 密度 B_r (G)	保磁力 iH_c (Oe)	最大エネルギー積 (BH) _{max} (MGOe)	成形前後の 保磁力の差 (Oe)
実施例	3.76	2989	3308	2.20	399
比較例 1	3.76	2977	2600	2.19	1041
比較例 2	3.76	2988	2469	2.18	811

【0027】

表 1～2 の結果に見られるように、実施例 1 のボンド磁石は、比較例 1 および 2 のものと同等の成形密度、残留磁束密度および最大エネルギー積を有するが、成形前後の保磁力の差について見ると、比較例 1 および 2 のものは 1041 Oe および 811 Oe と高いのに対し、実施例 1 のものは 399 Oe と 600 Oe 以

内に納まっている。したがって、実施例 1 のフェライト磁性粉は、比較例 1 および 2 のものに比べて、ボンド磁石に成形したさいに保磁力の低下が低くなる。

【 0 0 2 8 】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によると、ボンド磁石に成形したさいの保磁力の低下が低いボンド磁石用フェライト磁性粉が提供され、高い保磁力を必要とする用途に有用である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ボンド磁石に成形したさいに保磁力の低下が軽微なフェライト磁性粉を得る。

【解決手段】 アルカリ土類金属を構成成分とするフェライト磁性粉であって、所定の成形試験に供したときの保磁力の低下が 6 0 0 Oe 以下であるボンド磁石用フェライト磁性粉である。この磁性粉は、平均粒子径が 0.5 0 超え～1.0 μ m のフェライトの微粉と、平均粒子径が 2.5 0 超え～5.0 μ m のフェライトの粗粉を、該微粉の割合を 1 5 ～4 0 重量%として混合することによって得ることができる。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 1 1 9 5 1 8
受付番号	5 0 3 0 0 6 8 5 4 4 4
書類名	特許願
担当官	第七担当上席 0 0 9 6
作成日	平成 1 5 年 4 月 2 5 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年 4月24日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 1 1 9 5 1 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 2 2 4 7 9 8]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 7 日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区丸の内 1 丁目 8 番 2 号
氏 名	同和鋳業株式会社

特願 2 0 0 3 - 1 1 9 5 1 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [5 9 5 1 5 6 3 3 3]

1. 変更年月日 1 9 9 5 年 1 0 月 1 1 日
[変更理由] 新規登録
住 所 岡山県和気郡佐伯町矢田 1 0 9 9 - 3
氏 名 日本弁柄工業株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 4 年 2 月 6 日
[変更理由] 住所変更
住 所 岡山県和気郡佐伯町塩田 3 0 7
氏 名 日本弁柄工業株式会社